

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-339694

(43) 公開日 平成10年(1998)12月22日

(51) Int.Cl.⁸

識別記号

F I

G 0 1 N 15/14

G 0 1 J 1/00

G 0 1 N 15/02

21/03

21/49

G 0 1 N 15/14

G 0 1 J 1/00

G 0 1 N 15/02

21/03

21/49

P

A

Z

Z

審査請求 有 請求項の数 4 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号

特願平10-81413

(22) 出願日

平成10年(1998)3月27日

(31) 優先権主張番号

1 9 7 1 3 2 0 0 : 6

(32) 優先日

1997年3月28日

(33) 優先権主張国

ドイツ (D E)

(71) 出願人 598040868

アーエルフアウー レーザー・フエルトリ
ープスゲゼルシャフト・ミト・ベシユレン
クテル・ハフツング

ドイツ連邦共和国、63225 ランゲン、ロ
ベルトー ボッシュー ストラーセ、46

(72) 発明者 ウイルヘルム・ペータース

ドイツ連邦共和国、63225 ランゲン、フ
リードホフストラーセ、21デー

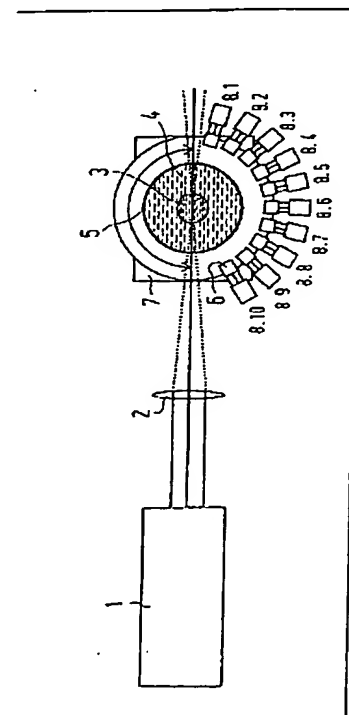
(74) 代理人 弁理士 江崎 光史 (外 2 名)

(54) 【発明の名称】 静的およびまたは動的光散乱を測定する測定装置

(57) 【要約】

【課題】 多数の散乱角から散乱光を同時に測定することができると共に、簡単かつ正確な検出器調節を可能にする、静的または動的光散乱を測定する測定装置を開発する。

【解決手段】 静的およびまたは動的光散乱を測定するための測定装置は、レーザ光線が発生するためのレーザ光源を備えている。このレーザ光線によって、円筒状のキュベットに含まれる試料を照射することができる。この試料は回転テーブルの中央に回転軸線と同軸にかつレーザ光線に対して直交するように配置されている。この場合、試料によって散乱する光を測定するための多数の検出器が、回転テーブル上に任意の角度で並べて配置されている。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 レーザ光線（1）を発生するための光源を備え、この光源が円筒状キュベットに含まれる試料（3）を照射し、試料が回転テーブル（7）の中央において回転テーブルの回転軸線と同軸にかつレーザ光線に対して直交するように配置されている、静的光散乱と動的光散乱の少なくとも一方を測定する測定装置において、試料から散乱する光を測定するための多数の検出器（8）が、回転テーブル上に任意の角度で並べて配置され、各々の検出器が調節装置を備え、この調節装置により、回転テーブル上に配置された、レーザ光線を用いる検出器が、その各々の零度位置でレーザ光線と相対的に調節可能であり、それによって調節後すべての検出器が回転中心の共通の個所の方へ向けられることを特徴とする測定装置。

【請求項2】 焦点合わせ装置を備え、この焦点合わせ装置がキュベット内の試料にレーザ光線を焦点合わせすることを特徴とする請求項1記載の測定装置。

【請求項3】 30個以下、特に4～16個の検出器が回転テーブル上に固定されていることを特徴とする請求項1または2記載の測定装置。

【請求項4】 検出器が回転テーブル上に5～30°、特に10～20°の角度間隔をおいて配置されていることを特徴とする請求項1～3のいずれか一つに記載の測定装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、レーザ光線を発生するための光源を備え、この光源が円筒状キュベットに含まれる試料を照射し、試料が回転テーブルの中央において回転テーブルの回転軸線と同軸にかつレーザ光線に対して直交するように配置されている、静的およびまたは動的な光散乱を測定する測定装置に関する。

【0002】

【従来の技術】動的およびまたは静的な光散乱の測定は例えば、粒子の大きさ、粒子の形状、拡散率および溶解した物質の分子重量を測定することを可能にする。その際、溶液内の試料の全体の光度（静的な光散乱）と、試料の拡散過程に依存して光度変化（動的な光散乱）を測定するために、コヒーレント光を出す光源と、受光する単一光子式検出器が使用される。散乱した光の散乱角ひいては波ベクトルの変化はすべて、静的な光散乱と動的な光散乱の検査時に、付加的な情報を与える。静的な光散乱のときに測定される散乱光の全体の光度は、試料容積が大きければ大きいほど、および光照射が強ければ強いほど高くなる。動的な光散乱の場合には、所定の時点で試料から放射されるコヒーレント散乱光の光度が、他の時点で同じ試料から放射される散乱光と比較される。この場合、散乱光のコヒーレント混合を確実に生じるためには、小さな検査容積が必要となるかあるいはその代わり

に任意の液体容積を使用する場合にはコヒーレント光が必要となる。

【0003】光散乱を測定するための測定装置は、静的な光散乱も動的な光散乱も測定可能であることが要求される。これはしかし、静的な光散乱の場合の大きな検査容積の使用と、動的な光散乱の場合の小さな検査容積の使用との間の妥協が見い出されるときにのみ可能である。従って、静的な光散乱と動的な光散乱を順々に行うことが既に考えられた。この場合、各々の測定のために最善の検出器が使用される。しかし、この思想は退けられた。なぜなら、順々に測定する際に、もはや同じ試料が測定されず、光のパラメータも試料のパラメータももはや同一でなく、順々に行われる測定の間時間内に変化するからである。その明白な例は、2つの測定の間で起こるゲル化、重合または結晶化による試料の動的変化と、非常に不均質な試料である。順々に行われる測定の際に、比較し得る結果が予想されない。

【0004】角度に依存した測定を行い、それによって波ベクトルを変化させることが必要であると、他の難点が生じる。すなわち、異なる散乱角の下で試料を考えると、同じ試料容積の散乱光を常に測定するようにしなければならない。それによって、一方では有効な散乱容積の理論的な依存関係に合わせることができ、かつ後の補正を可能にし、他方では試料内の小さな不均質性が完全に予想されない結果とならないようにすることができ、これを確実にするために、通常はゴニオメータ方法が実施される。その際、試料が調節されるので、試料は回転アームを備えた回転テーブルの回転中心に正確に位置する。この回転アームは検出器を支持している。レーザ光は同様に回転中心の試料に調節される。それによって、要求される調節がすべての軸線で、すなわち検出器とレーザ光線の水平方向および垂直方向と傾斜と角度偏差において正確であるかぎり、全体の散乱角範囲内の同じ散乱容積が検査される。

【0005】この調節は通常は非常に正確でなければならず、ほとんどのパラメータについて10μm以下の精度が必要であるが、検出器が零度散乱角位置にもたらされるときには、この調節を行うことができる。この零度散乱角位置では、レーザ光線が検出器に直接当たる。散乱光を測定する市販の装置を配向するための方法段階は知られている。

【0006】勿論、多くの試料において、多数の散乱角から順々に行われる測定による、静的および動的な光散乱の同時測定は問題がある。ゲル化、重合およびまたは結晶化によって生じる試料の不均質性あるいは各々の試料に供される測定時間の異なる制約のために、順々に行う測定の場合には、常に良好な結果が得られるとは限らない。それにもかかわらず、標準測定が存在する。この標準測定の場合には、例えば粒子の大きさの測定の際に、測定結果を損なわずに、静的および動的な光散乱が異

なる散乱角から順々に行われる。

【0007】この難点に打ち勝つための方策は、多数の検出によって異なる視覚から散乱光を同時に観察することである（ドイツ連邦共和国特許出願公開第3813718号公報参照）。しかし、多大なコストなしには、各々の検出器が同じ散乱容積から散乱光を受光するように、多数の検出器を調節することはできない。更に、多数の検出器を検査すべき試料の周りに配置する場合、測定に供される散乱角の数が、使用される検出器の数によって制限される。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】そこで、本発明の課題は、多数の散乱角から散乱光を同時に測定することができると共に、簡単でそれにもかかわらず正確な検出器調節を可能にする、静的または動的散乱光を測定する測定装置を開発することである。

【0009】

【課題を解決するための手段】この課題は、試料から散乱する光を測定するための多数の検出器が、回転テーブル上に任意の角度をおいて並べて配置され、各々の検出器が調節装置を備え、この調節装置により、回転テーブル上に配置された、レーザ光線を用いる検出器が、その各々の零度位置でレーザ光線と相対的に調節可能であり、それによって調節後すべての検出器が回転中心の共通の個所の方へ向けられることによって解決される。

【0010】回転テーブル上に配置された多数の検出器は、レーザ光線と回転テーブルによって、すべての検出器が回転中心の共通の点に向けられるように、それぞれ零度位置に調節される。回転テーブルにより、回転中心の共通の点に検出器を調節維持しながら、検出器の観察角度は任意の角度値だけ調節することが可能である。30個以下、特に4～16個の検出器が回転テーブルに固定可能であると有利である。この検出器は回転テーブル上に5～30°、特に10～20°の角度間隔をおいて配置されている。

【0011】静的または動的散乱光を測定するために、特殊な場合には異なる100個までの散乱角（ローレンツミー（Lorenz-Mie）散乱分析）から測定が行われるが、一般的には、異なる角度からの10～20回の測定はもはや不要である。本発明による測定装置は回転テーブルの角度位置の段階的な変化によって、測定に供される散乱角の数を任意に高めることができる。

【0012】本発明による測定装置のために、散乱光の測定に適した任意の検出器を使用することができる。普通のピンホールダイヤフラム式検出器もファイバ式検出器も使用可能である。このファイバ式検出器は、屈折率分布レンズと、異なるファイバ直径および開口率の光ファイバとの組み合わせたものである。

【0013】

【発明の実施の形態】散乱角またはこの散乱角と均等で

ある波ベクトルを変更することができる測光機器が、動的および静的散乱光を測定するために以前から使用されている。このようなゴニオメータの代表的な構造が図1に示してある。図1はレーザ光源1と、焦点合わせ（集束）装置2と、液体4によって取り囲まれた試料ホルダー3を示している。この液体はキュヴェットガラスと同じ屈折率を有し、容器5内に収容されている。この容器はキュヴェットガラスと同じ屈折率を有する透明な材料からなっている。散乱光を測定するために適している検出器8は、回転アーム6上にあり、それ自体回転テーブル7に固定されている。

【0014】検出器は図2に示すようなピンホールダイヤフラム式検出器であってもよい。このピンホールダイヤフラム式検出器は所定の穴径を有する第1のピンホールダイヤフラム9と、この第1のピンホールダイヤフラムとほぼ同じ穴径を有する第2のピンホールダイヤフラム10を備えている。第1のピンホールダイヤフラム9は集光レンズ11の近くにおいて散乱中心から焦点距離の2倍の距離だけ離れている。第2のピンホールダイヤフラム10は同様に、集光レンズから焦点距離の2倍の距離だけ離れている。単一光子式検出器12として、光電子増倍管または光フォトダイオードが使用される。

【0015】図3に示したファイバ式検出器は、屈折率分布レンズ13と光ファイバ14からなり、この光ファイバは小さな開口率（開口率0.1～0.2）と小さなコア直径（5～25μm）を有する。散乱中心からの隔離距離は任意であるが、一般的には少なくとも10mmである。光は屈折率分布レンズ13によって集められ、光ファイバ内を検出器8まで案内される。

【0016】図4には本発明による測定装置が示してある。この図はレーザ光源1と、焦点合わせ装置2と、キュヴェットと試料3を有する試料ホルダーを示している。この試料はキュヴェットガラスの屈折率を有する液体4によって取り囲まれている。この液体は透明な材料からなる容器5に収容されている。この容器は同様にキュヴェットガラスの屈折率を有する。多数の検出器8、1～8、10が回転テーブル7の回転アーム6上に設けられている。この場合、この回転アームは15°の角度間隔をおいて配置されている。検出器はピンホールダイヤフラム式検出器でもよいし、ファイバ式検出器でもよい。

【図面の簡単な説明】

【図1】技術水準の測定装置を示す図である。

【図2】技術水準の検出器を示す図である。

【図3】技術水準の他の検出器を示す図である。

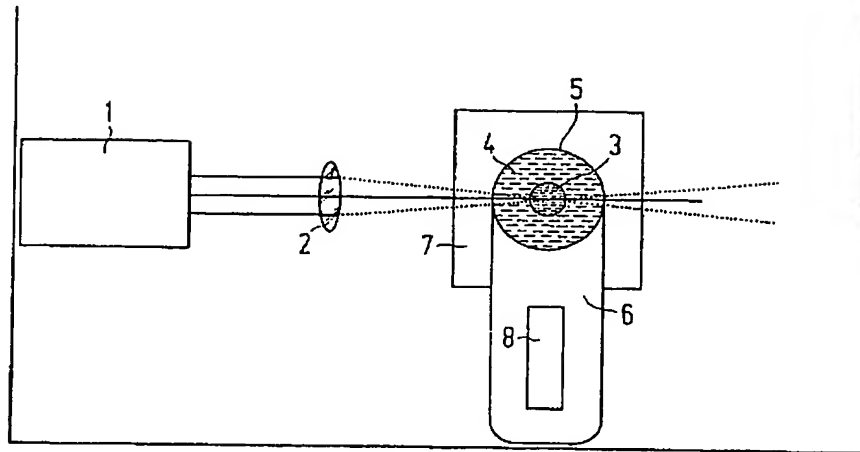
【図4】本発明による測定装置を示す図である。

【符号の説明】

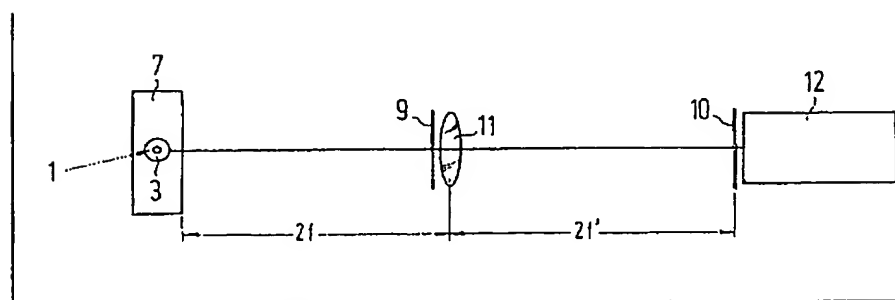
- | | |
|---|---------------|
| 1 | レーザ光源 |
| 2 | 焦点合わせ装置 |
| 3 | キュヴェットと試料を有する |

5	試料ホルダ	9	第1のピンホールダイヤフラ
4	を有する液体	μ	第2のピンホールダイヤフラ
5	を有する透明な材料からなる容器	10	集光レンズ
6	回転アーム	11	単一光子式検出器
7	回転テーブル	12	屈折率分布レンズ
8	検出器	14	光ファイバ

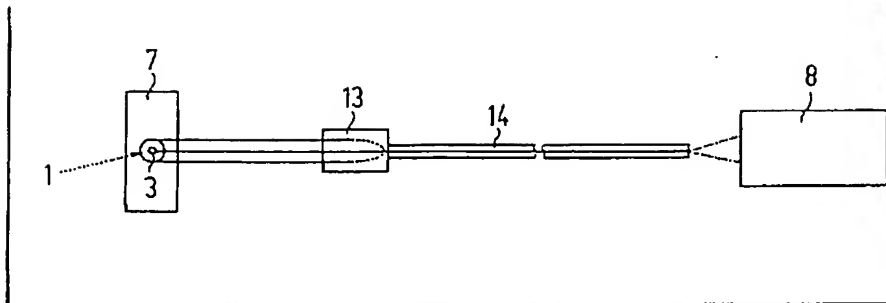
【図1】



【図2】



【図 3】



【図 4】

